

試料濃縮用注射針
ニードレックス

NeedlEx
Needle Extraction

技術資料 No. 2

目 次

1. NeedlEx について 2
2. NeedlEx の操作手順 3
3. NeedlEx Q & A 7
4. NeedlEx 分析例 15
5. 溶媒抽出法との比較 20



信和化工株式会社

1. NeedleEx について

NeedleEx は空気中の揮発性有機化合物を濃縮するルアーロック式横穴針です。

従来より悪臭分析や作業環境測定において、分析対象物質を濃縮するための操作として、液体酸素等による低温濃縮法や、TENAX・活性炭・シリカゲルなどの吸着剤による捕集法が用いられています。ところが、この濃縮操作は煩雑であり、また専用の付加装置が必要なものでした。

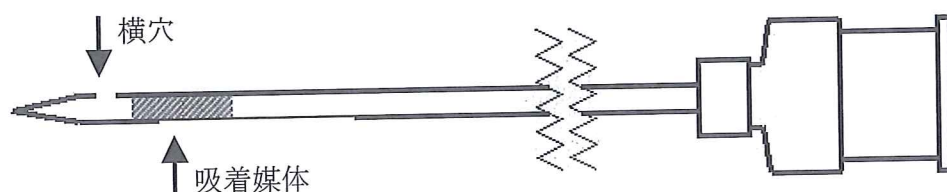
弊社で開発しましたNeedleEx は、ガス採取器に接続して一定量の試料ガスを吸引した後、直接ガスクロマトグラフに導入するものです。

NeedleEx の中には濃縮媒体が充填されており、ガス採取器で吸引された試料ガスが、この濃縮媒体を通過する時に捕集されます。次に、NeedleEx をガスタイトシリンジに付け替え、不活性ガスを0.4～1.0mL 吸引してからガスクロマトグラフ装置の注入口に挿入し、吸引した不活性ガスにより注入します。この時、注入口の熱で脱離した試料が不活性ガスと共にカラムに導入され、分離・分析されます。

1.1 NeedleEx の形状および仕様



内径 : 0.5 mm、外径 : 0.7 mm、長さ : 85 mm のルアーロック式横穴針



1.2 NeedleEx の種類

濃縮媒体の種類は対象物質によって次の4種類があります。

- 有機溶剤用

酢酸エチル、イソブタノール、メチルイソブチルケトン、トルエン、キシレン、スチレン等の一般有機溶剤用。

- トリメチルアミン用

トリメチルアミン等の低級アミンを選択的に吸着します。

- 脂肪酸用

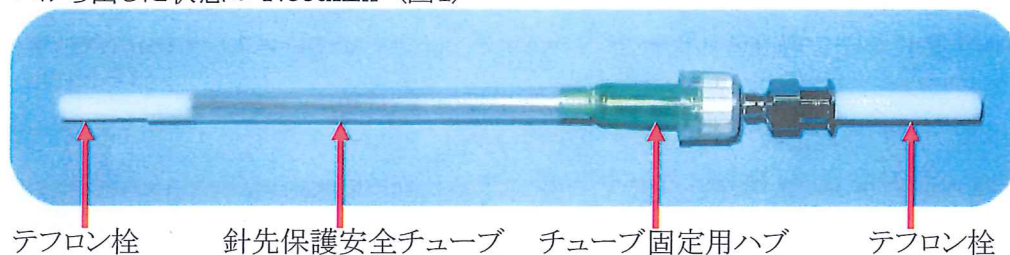
脂肪酸(プロピオン酸、ノルマル酪酸、ノルマル吉草酸、イソ吉草酸)用。
(脂肪酸の吸着能力及び加熱脱着に必要な耐熱性に優れています)

- 石油用

土壌や衣類に付着した極微量の油種を識別します。

2. NeedleEx の操作手順

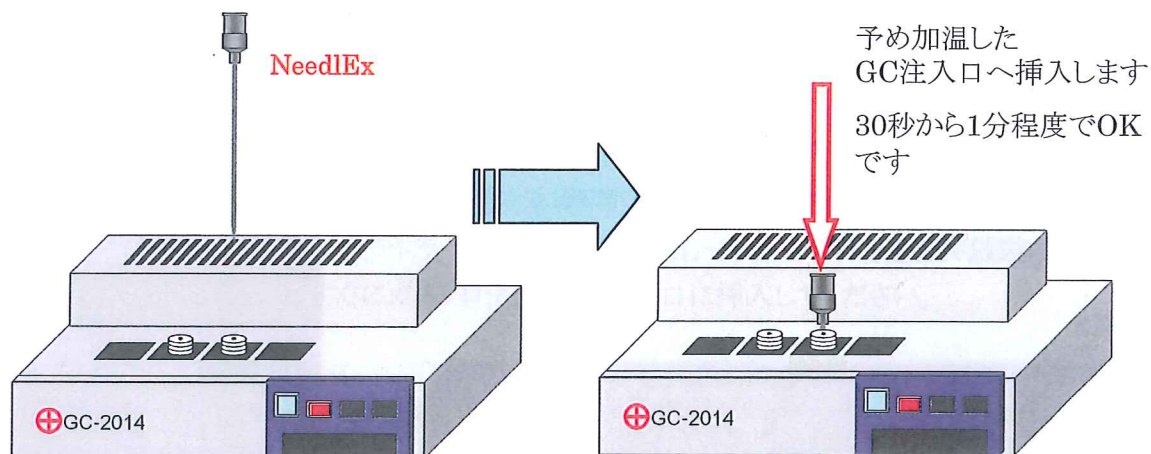
ケースから出した状態の NeedleEx (図1)



2.1 コンディショニング

キャリアオーバーを除くため、使用前にコンディショニングを行います。

出荷時には、コンディショニングした製品を出荷しておりますが、購入後時間が経過している場合や前回使用してから、時間が長く経過している場合は、コンディショニングが必要です。



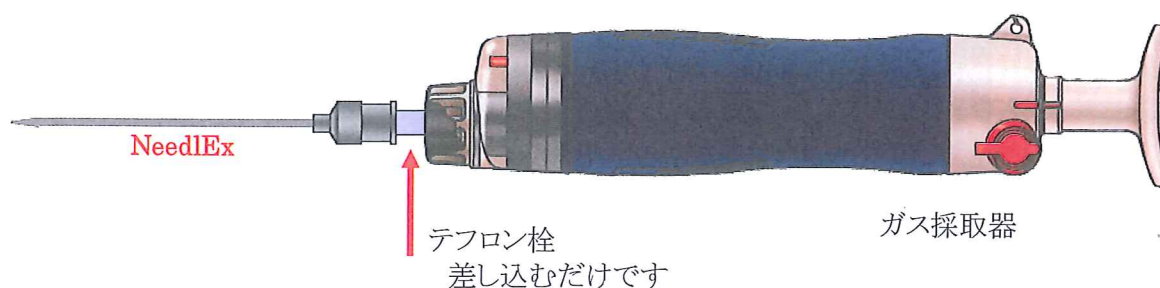
NeedleEx を箱より取り出し、付属品を全て外した状態にします。次にNeedleEx の種類によって定められた温度を上限として設定した注入口に挿入します。この時、注入口にはカラムを取り付け、注入口圧力を100kPaにしておいて下さい。

GC注入口温度を利用してコンディショニングを行います。挿入時間は、30秒から1分程度で充分です。時間経過後、NeedleEx を引き抜き、付属のテフロン栓で、針先・ロック基側共に密栓します。

注入口温度は、NeedleEx の種類によって定められた最高使用温度以上には上げないで下さい。

2.2 ガス採取器への装着

NeedleEx を付属のテフロンチューブ使用し、ガス採取器へ装着します。



2.3 試料の吸引・濃縮

試料ガスを常温において一定量吸引します。この時、試料ガス中の目的物質は針に充填されている濃縮媒体に完全に吸着されます。

吸引操作を行う場合は、指先で針を突くなどの危険を避けるため、安全チューブを取り付けた状態（図2）で使用してください。ただし、テドラーバックなど針先を直接試料容器に挿入する場合は取り外してご使用ください。

図2



テドラーバック内試料のサンプリング例を 図3に、液体試料のヘッドスペースサンプリング例を 図4に示します。

ガス採取器をしっかり持ち、ガス採取器のハンドルを所定量引きロックさせます。試料ガス吸引方法の詳細は、ガス採取器の取扱説明書をご参照下さい。

図3



図4



試料ガスの種類により、試料吸引量が異なります。NeedleEx 技術資料No.1 の測定範囲の表を参考にしてください。100 mLの吸引に要する時間は約10 ～ 15分です。試料採取は30℃・80% RH以下の環境で行なってください。また、試料採取後すぐにガスクロマトグラフで分析されない場合は、出荷時の状態（図1）の状態に戻してください。冷暗所で約10日の保存が可能です。

注） 10 mLの捕集を行う場合、北川式真空法ガス採取器AP-20Nが必要です。50, 100mLの捕集の場合には、北川式真空法ガス採取器AP-20N、又はAP-20のどちらでもご使用になれます。

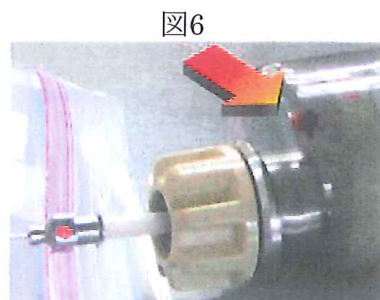
試料ガス採取終了の確認は、フローインジケーターによって行います。ガス採取器の取扱説明書をご確認の上使用ください。

下記に、北川式ガス採取器の例を示します。

フローインジケーター について

図5のように、赤い突起が出ていない時は吸引中です。

図6のように、突起が現われれば(通常の状態)、吸引は終了です。

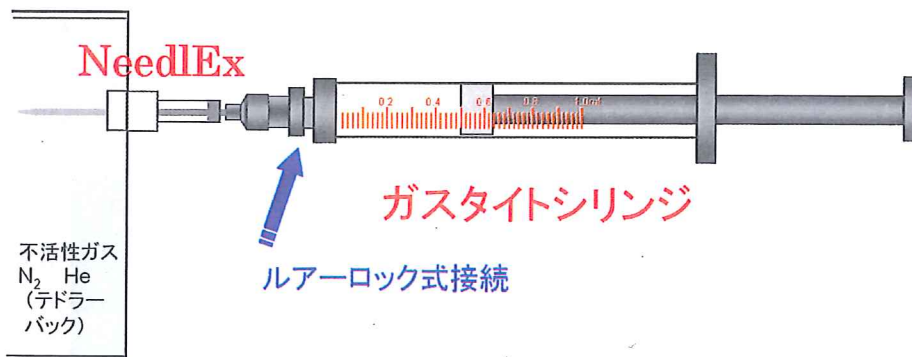


2.3 GC 注入準備

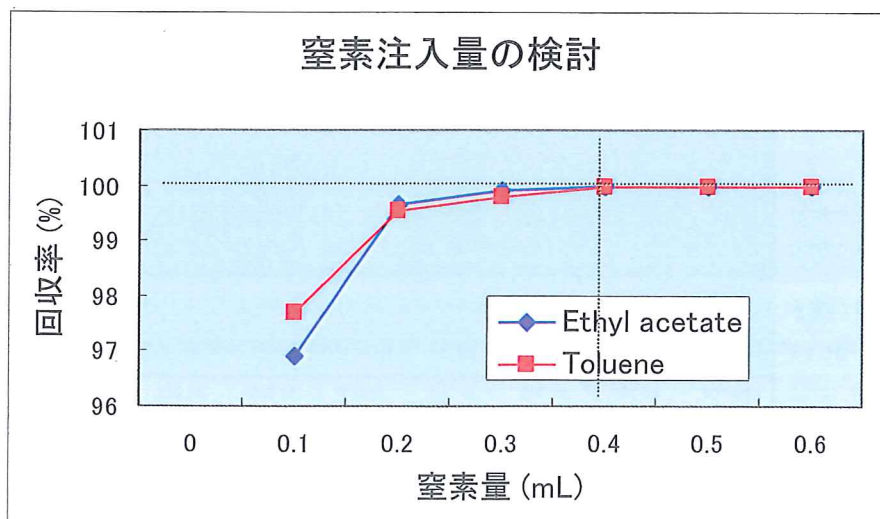
ガスタイトシリンジへ NeedleEx を取り付けた図



NeedleEx をガス採取器から取り外し、ガスタイトシリンジ(1mL程度)に付け替えます。次に、別に用意した不活性ガスの入ったテドラーバッグから 0.4mL～1 mLの不活性ガスを吸引します。不活性ガスの吸引後は、すぐにガスクロマトグラフ注入口に挿入してください。



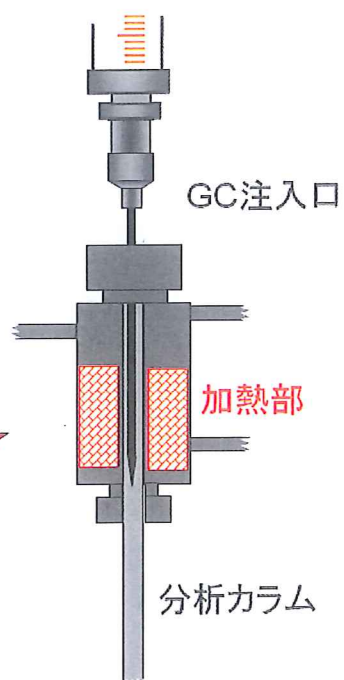
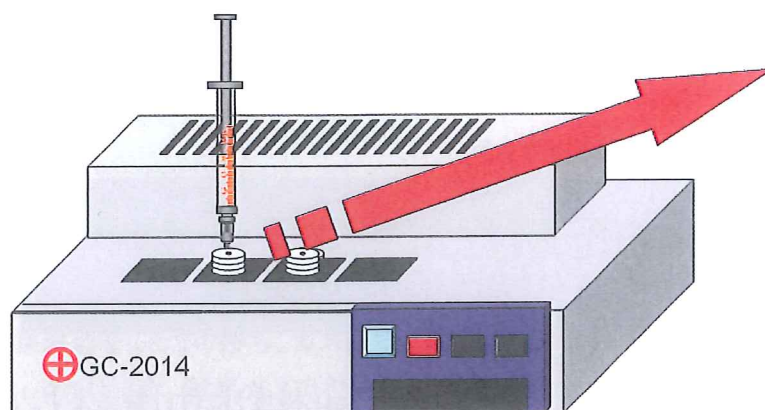
下記に、追出しに使用する不活性ガスの量を検討したグラフを記します。グラフに示すように 0.4mL 以上の不活性ガスで追出せば ほぼ100%の回収率が得られます。



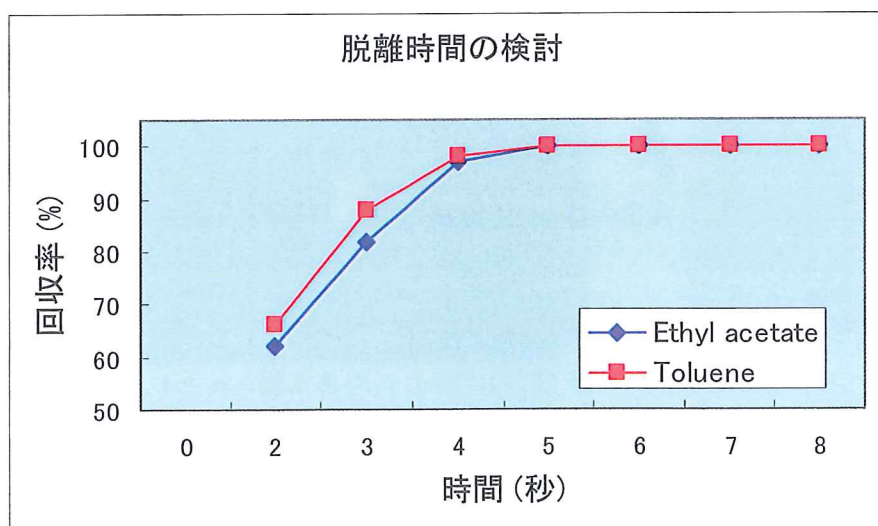
2.4 GC 注入

ガスクロマトグラフ注入口に **NeedlEx** を根元まで挿入し、針内部の吸着媒体が加熱されるのに必要な時間 (5~10秒) 待ってからシリレンジ内の不活性ガスを注入してください。

NeedlEx を注入口より引き抜いた後、ガスクロマトグラフィーのデータ記録機器をスタートさせます。



下は、加熱時間と回収率の関係を検討したグラフです。5秒以上の加熱時間を持てば、ほぼ100%の回収率が得られる事を示しています。



一連の操作に慣れは必要ですが、全体を通して簡便な操作で濃縮・分析が行えます。操作方法について、ご不明な点がございましたら、お手数ですが弊社までご連絡ください。

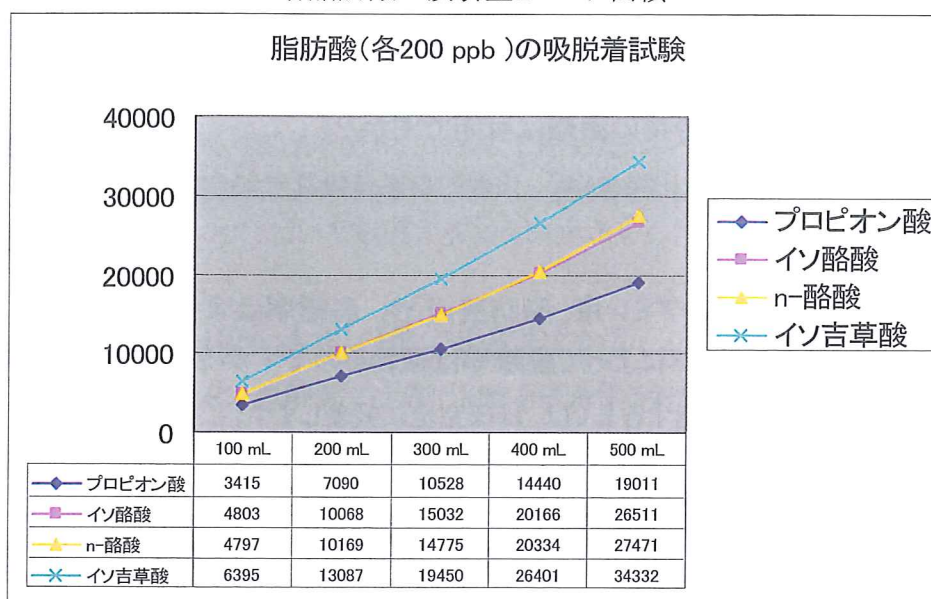
3. NeedleEx Q & A

Q 1 NeedleEx で分析出来る下限値はどのくらいですか？

破過の問題があり、濃度の高い試料については多数の試験を行っていますが、逆に濃度の低い方について多くは検討できておりません。

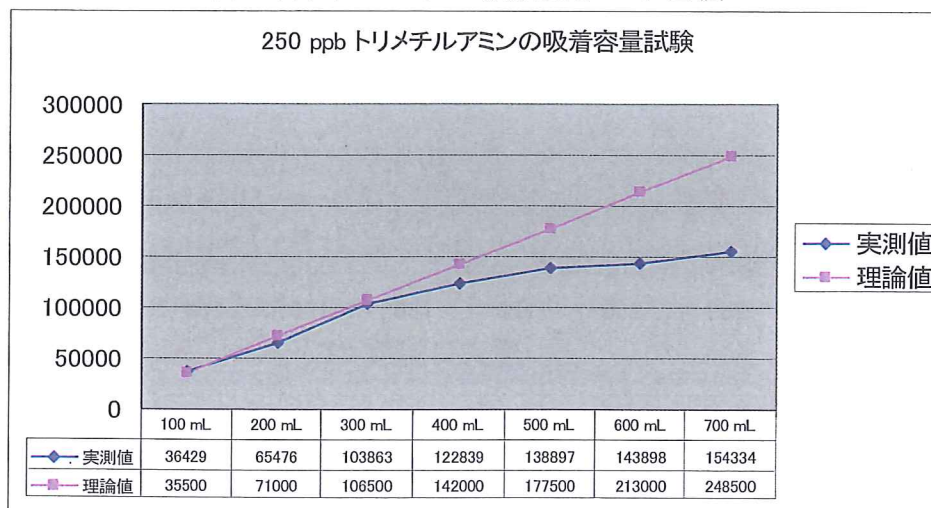
一般的有機溶剤については100倍濃縮が可能ですので、FIDの感度から計算して数10 ppbの濃度まで測定可能と考えられます。脂肪酸については、200 ppbのガスについて濃縮試験を行いました、次の表が示すように500 mLまでの吸引で良好な直線性が得られています。

各脂肪酸の吸引量とピーク面積



トリメチルアミンについても、250 ppbのガスで同様の試験を行いました、次頁の表2に示しますように300 mLまでの吸引が可能です。脂肪酸の表と比べてピーク面積の数値が一桁違うのは測定時のガスクロマトグラフのレンジが、脂肪酸が 10^2 、トリメチルアミンが 10^1 と異なったためです。ご了承ください。

表2 トリメチルアミンの吸引量とピーク面積



Q 2 NeedleEx の使用できる検出器はFIDのみですか？

検出器についての制約はありません。TCD, ECD, FPD, GC/MS で使用可能です。

例えば極微量の塩素系溶媒の場合はECDが有効です。硫化水素やメルカプタンなどのイオウ化合物であればFPDが有効です。ただし、現在イオウ化合物用の濃縮媒体はまだ開発されていません。

Q 3 NeedleEx と公定法との相関性はとれていますか？

相関性はとれていません。非常に重要なことであることは認識しております。今後、公定法とNeedleEx との比較検討を行い、早い時期にご紹介したいと考えています。

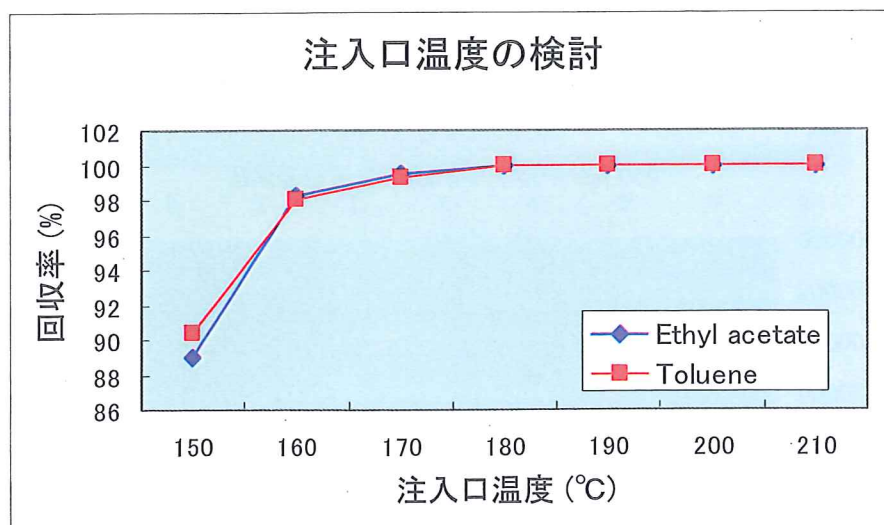
Q 4 NeedleEx でイオウ化合物の濃縮は可能ですか？

イオウ化合物の濃縮は出来ません。代表的な悪臭物質ですので、現在 開発を検討中です。

Q 5 有機溶剤用、トリメチルアミン用、脂肪酸用とも 脱離率はすべて95%以上ですか？ 対象ガスによって脱離率は変わるのですか？

いずれの針も破過に達するまでは、ほぼ完全に吸着します。しかし、GCの注入口においての脱離は完全ではありません。各有機溶媒で確認した結果、クレゾールを除いては95%以上ありました。脂肪酸、トリメチルアミンも95%以上です。脱離において重要なのは GCの注入口温度です。有機溶剤用は200℃、脂肪酸およびトリメチルアミン用は250℃です。これより低いと脱離率が低下します。逆に高すぎると針の中の吸着媒体の劣化が早くなります。

下記に、酢酸エチルとトルエンを対象に、注入口温度と回収率の検討を行ったグラフを記します。グラフから、180℃以下で脱離させた場合、回収率が下がることがわかります。



Q 6 対象ガスによってガスの吸引量が変わりますが、例えば 100mL 吸引しなければならないガスと 10mL 吸引でよいガスが混合した場合、いくら吸引量に設定したら良いのですか？

例えば、トルエンとメタノールが混在する試料の場合、メタノールの破過は10 mL、トルエンの破過は100 mL以上ですので、メタノールを測定する必要がある場合の吸引量は10 mLです。もし、メタノールは必要でなくトルエンだけ測定する場合は100 mL吸引することができます。その試料に含まれている最も少ない破過容量の物質に合わせてください。

Q 7 悪環境の場所でNeedleExを使用し分析を行った場合、次回捕集する前にコンディショニングを行うが、きちんと針の中の微量ガスは取りきれられるのですか？汚れやミスト等は針の中に吸着されないのですか？

取扱説明書に記載していますように、200℃で約3分間コンディショニングすることによって、揮発性物質は完全に除くことができます。しかし、悪環境のもとで、汚れやミストを吸引した場合は、コンディショニングによって回復することはできません。

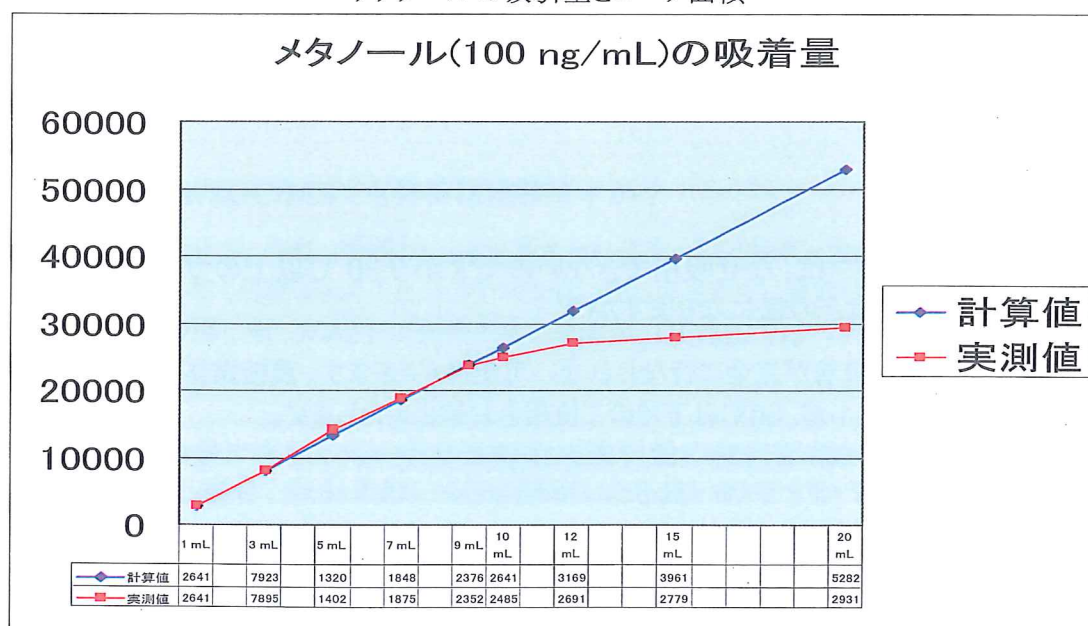
Q 8 NeedleEx で H_2S (硫化水素)は測定出来ますか？

先に述べましたように、現時点では硫化水素を吸着する針はありません。

Q 9 破過になった時の見分け方はどの様に見分けるのですか？

破過に達した場合は、吸引量を多くしてもピーク面積が大きくなりません。例えば、次の表は100 ng/mLのメタノールを含む試料ガスの吸引量とピーク面積の関係を示したものです。メタノールの破過値である10 mLを超えるとピーク面積は横ばいとなります。

メタノールの吸引量とピーク面積



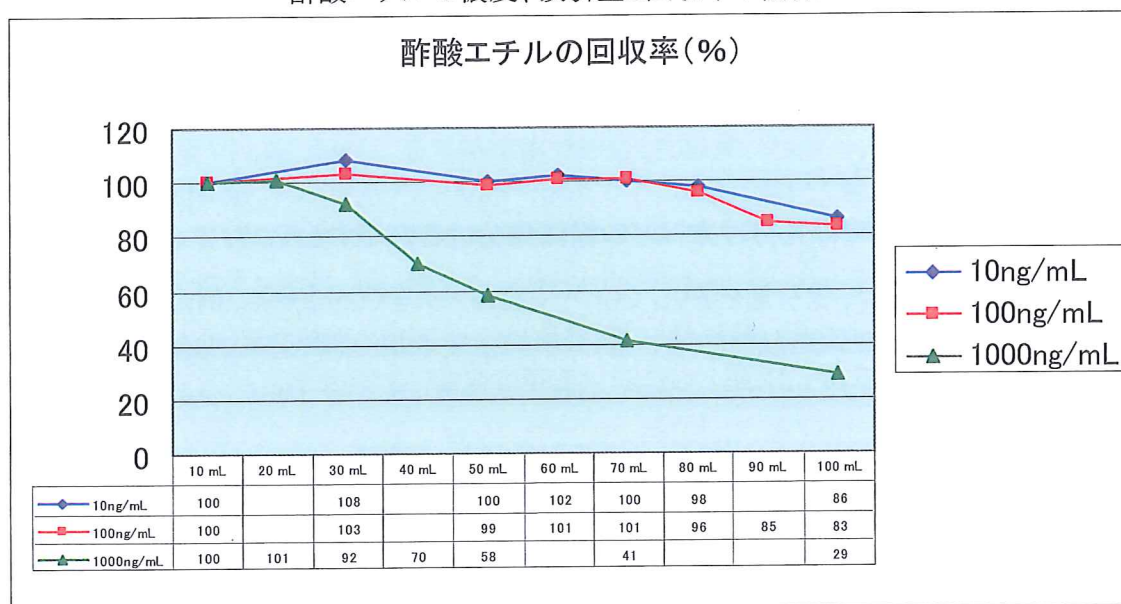
Q 10 通常50mL 吸引するガスを 10mL で吸引し分析を行った場合、10mL の分析結果の 5倍 の値と 50mL の分析結果の値とは同じ分析結果になるのでしょうか？

破過に達する前であれば、吸引量とピーク面積は比例します。したがって、ご質問のとおり
の分析結果が得られます。

Q 11 ガスによっては 100mL 吸引と 50mL 吸引と 10mL 吸引がありますが、吸引量の根拠を教えてください。吸引量はどの様にして設定するのでしょうか？

下記の表は酢酸エチルの濃度、吸引量と回収率の関係を示したものです。この場合は濃度 10ng/mL と 100ng/mL では 80mL の吸引まではほぼ 100%の回収率が得られています。つまり、酢酸エチルの破過容量は 80mL となります。同じようにして他の有機溶媒についても測定しました。取扱説明書に記載しています100mL、50mL、10mL と区別していますのは、この測定結果に基づくものです。酢酸エチルのように 50 以上 100 未満のものは50mL、ジクロロメタン、ジエチルエーテルのように 10 以上 50 未満のものは 10mL としています。

酢酸エチルの濃度、吸引量と回収率の関係



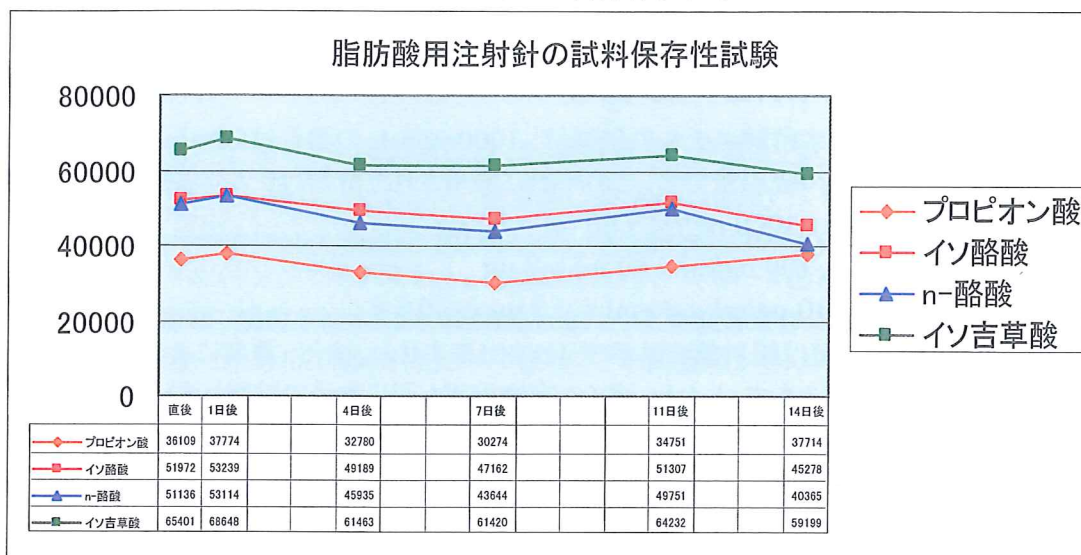
Q 12 30℃以上のガスは、なぜ吸引できないのですか？30℃以上のガスを吸引した場合、NeedleEx はどの様になりますか？

30℃以上では吸着が完全に行なわれない可能性があります。濃縮媒体そのものが劣化する心配はありませんが、30℃以下でのご使用をお勧めいたします。

Q 13 NeedleEx の安定性を教えてください。捕集してから10日までに分析を行うと聞きましたが、もし10日以降過ぎてから分析を行った場合、どの様になりますか？

次の表は各脂肪酸 200ppb のガスを6本の針で同時に100mL 吸引し直ちにテフロン栓をした後、一定時間経過後 1本ずつ加熱脱離試験してそのピーク面積を測定したものです。

脂肪酸用注射針の試料保存性試験



同様にして有機溶剤用、トリメチルアミン用も試験しました。その結果いずれも少なくとも10日間の保存性が確認されました。その期間を過ぎるとすぐにダメになるようなものではありませんが、吸引後10日間を保証期限としています。

Q 14 有機溶剤用、トリメチルアミン用、脂肪酸用 3種類とも脱離率はすべて95% 以上ですか？対象ガスによっては、95% 以下になる可能性はありますか？

Q5で説明しましたが、有機溶媒用の場合、クレゾールのように沸点が200℃以上のものでは脱離率が約80%という実験結果となっています。

Q 15 NeedleExはGC/MSでも分析は出来ますか？

分析可能です。ただ、問題として2つ考えられます。1つはGC / MSの注入口の形状、サイズを調べておく必要があること。もう1つは追い出しガスです。通常はキャリアガスや試料脱離のための押し出しガスとして窒素を使いますが、GC/MSではヘリウムを使います。

Q 16 取扱説明書に記載している有機溶剤用吸引量の表に記載されていない有機溶剤を吸引する場合、吸引量はいくらに設定したら良いのですか？

目安としては沸点が 100℃ 以上であれば 100mL の吸引が可能です。しかし、逆に沸点が 200℃ 以上の溶媒では脱離率が低くなります。これらの高沸点溶剤についてはそれに適した(もっと耐熱性がある)濃縮媒体を開発する必要があります。

Q 17 NeedleEx を30回以上使用した場合、最終的にはNeedleEx はどの様になりますか？最終的にはガスを吸引しても吸着出来なくなるのですか？それとも、脱離が出来なくなるのですか？

弊社としての保証使用回数です。それを超えるとすぐにダメになる訳ではありませんが、悪環境で使用されることもありますので、ある程度の安全性をみています。最終的には劣化した場合、脱離よりも吸着能が悪くなってきます。

Q 18 破過とはどのような状態のことですか？

Q11の表に示します酢酸エチルの破過は、1000ng/mL の場合は20mL、100ng/mL と10 ng/mL では80mL の吸引量です。この時針に吸着された酢酸エチルの絶対量は、

1000 ng/mlでは、 $1000 \text{ ng/ml} \times 20 \text{ ml} = 20 \text{ ug}$

100 ng/mlでは、 $100 \text{ ng/ml} \times 80 \text{ ml} = 8 \text{ ug}$

10 ng/mlでは、 $10 \text{ ng/ml} \times 80 \text{ ml} = 0.8 \text{ ug}$ となります。

このように破過の値は絶対量では示すことは出来ません。また、濃度によっても破過に達する吸引量も異なってきます。しかし、多くの有機溶媒も同じ方法で試験しましたが、酢酸エチルとほぼ同じ傾向で、濃度が100ng/mL でも10ng/mL でも破過に達する吸引量は一定の値を示します。つまり、100ng/mL 以下の濃度であれば、破過は吸引量によって決まると言えます。

もちろん実際の作業環境測定においてはその濃度が100ng/mL以下なのかどうかはわかりません。一般的な有機溶剤では100ng/mL は分子量によりますが数10ppm の濃度になりますので、ある程度その臭いが鼻で感じられます。また、GCのFIDでは 100ng もあれば十分に精度良く検出することができます。100ng/mL では本来濃縮する必要はなくそのままその空気を1mL 直接注入することで分析可能です。

NeedleEx を開発した目的は10ng/mL (数ppm) 以下の非常に希薄な溶剤を精度良く分析するための濃縮です。ですから、測定場所の雰囲気が少しでも高濃度であると思われる場合は吸引量をできるだけ少なくして下さい。

破過に達した場合、針が損傷を受けることは全くありませんが、実際の濃度より低い値を示すこととなります。一番確実な方法は少し手間がかかりますが、同じ測定場所の空気を10mL、50mL、100mL と吸引量を変えて採取し、それを分析してピーク面積が吸引量に比例しているかを確認することです。例えば、10mL 吸引した時のある物質のピーク面積が 1000 としますと、50mL 吸引では約5000、100mL 吸引では約10000となるはずですが、このようになれば破過に達してないといえます。ところが、50mL 吸引では約5000であるけれど、100mL 吸引では約8000であれば、それは50mL と 100mL の間の吸引量で破過に達したということになります。

同じ試料中に多成分含まれていた場合、全てが同じ吸引量で破過に達する訳ではありません。例えば、メタノール、アセトン、トルエンの3成分を含んでいた場合、メタノールは10mL で、アセトンは50mL で破過に達するが、トルエンは100mL でも破過に達さないことがあります。このような場合もし100mL 吸引してしまうと、トルエンの値は正しいが、メタノールおよびアセトンの値は実際の正しい値よりかなり低くなってしまいます。したがってこのような場合は一番吸引量の少ないメタノール(10mL) に合わせてください。

Q 19 沸点が200℃を超える化合物の場合、NeedleExを使って濃縮は可能ですか？

一般的に、沸点が高い化合物ほど吸着媒体に吸着されやすくなります。従って破過容量も大きくなりますが、問題は加熱脱離が困難になることです。沸点が200℃より少し高い程度の化合物の場合は、脂肪酸用 **NeedleEx** で対応可能ですが、さらに沸点の高い化合物の場合は、加熱脱離が容易な分配剤を濃縮媒体とする必要があります。高沸点物質用 **NeedleEx** については、現在 開発を検討中です。

Q 19 検量線を作成したいのですが、簡単な方法がありますか？

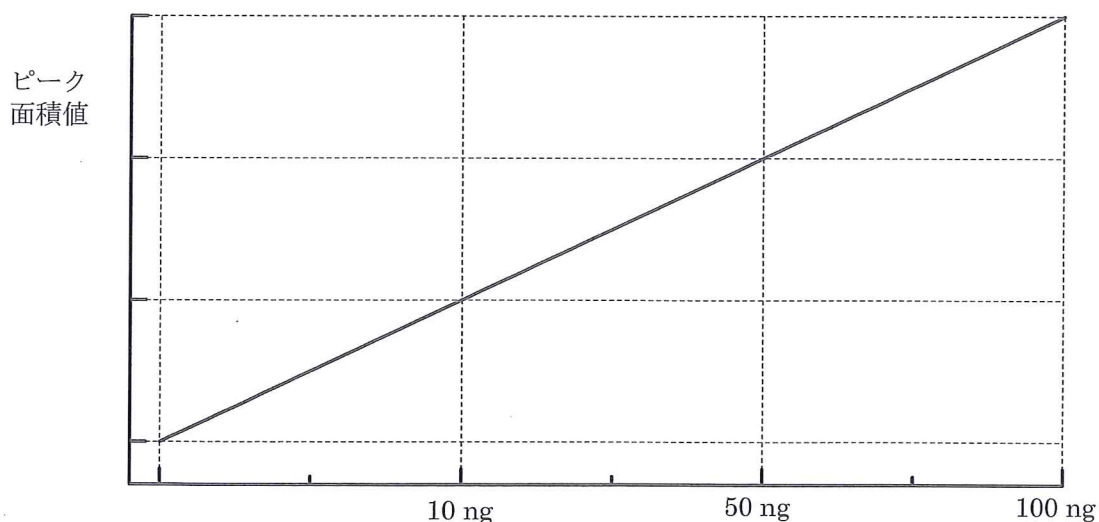
正確な濃度の標準ガスを調製することは、試料ガスの計量や、試料採取容器内壁への吸着等の問題があって、難しいですので、検量線は液体試料を用いて作成して下さい。例えば、トルエンの検量線を作成する場合、10 ng/ μ L, 50 ng/ μ L, 100 ng/ μ Lのトルエン/ヘキサン溶液をマイクロシリンジでそれぞれ1 μ LをGCに注入してピーク面積を求めます。そして、縦軸をピーク面積、横軸をトルエンの絶対量 (ng) とした検量線を作成して下さい。次に、実際に **NeedleEx** を使った分析で得られたピーク面積とこの検量線からトルエンの絶対量を求めます。**NeedleEx** で吸引した試料ガス体積とトルエンの絶対量からトルエンの濃度を計算して下さい。

下記に、検量線の作成事例を記します。

先ず、液体で検量線作成用試料を用意します。

10ng/ μ L, 50ng/ μ L, 100ng/ μ L (1 ng/ μ L = 1ppm)

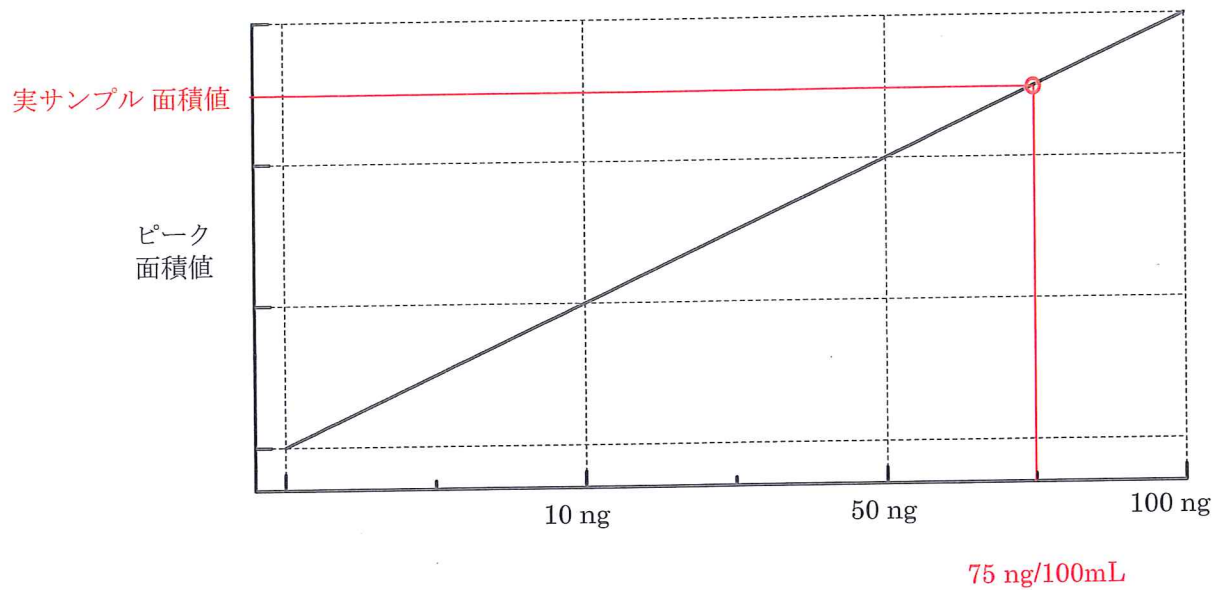
その試料によって作成した検量線を下記に記します。



次に、実サンプルで濃縮・分析します。

(例) ガス採取器で、100mL吸引 ⇒ GC分析

分析結果を次ページに記します。



結果、 実サンプル: $75 \text{ ng}/100\text{mL} = 0.75 \text{ ng/mL}$ となります。

この場合、ppm濃度への換算は試料の種類によって、気化させたときの容積が異なるため、計算が複雑になります。その簡易法としての計算例を示します。

検量線からの計算: トルエン 0.75 ng/mL

室温 25°C の場合 (気圧補正について、今回は無視しています)

$$\begin{aligned}
 \text{濃度} &= 0.75 \text{ ng/mL} \div \underset{\text{注1}}{92.14} \times \underset{\text{注2}}{22.4} \times \underset{\text{注3}}{\frac{298}{273}} \\
 &= 0.20 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

注1: トルエンの分子量

注2: 1 mol の物質が気体になった場合の
体積 (nL/mL)

注3: 温度補正

摂氏 0°C = 絶対温度 273°

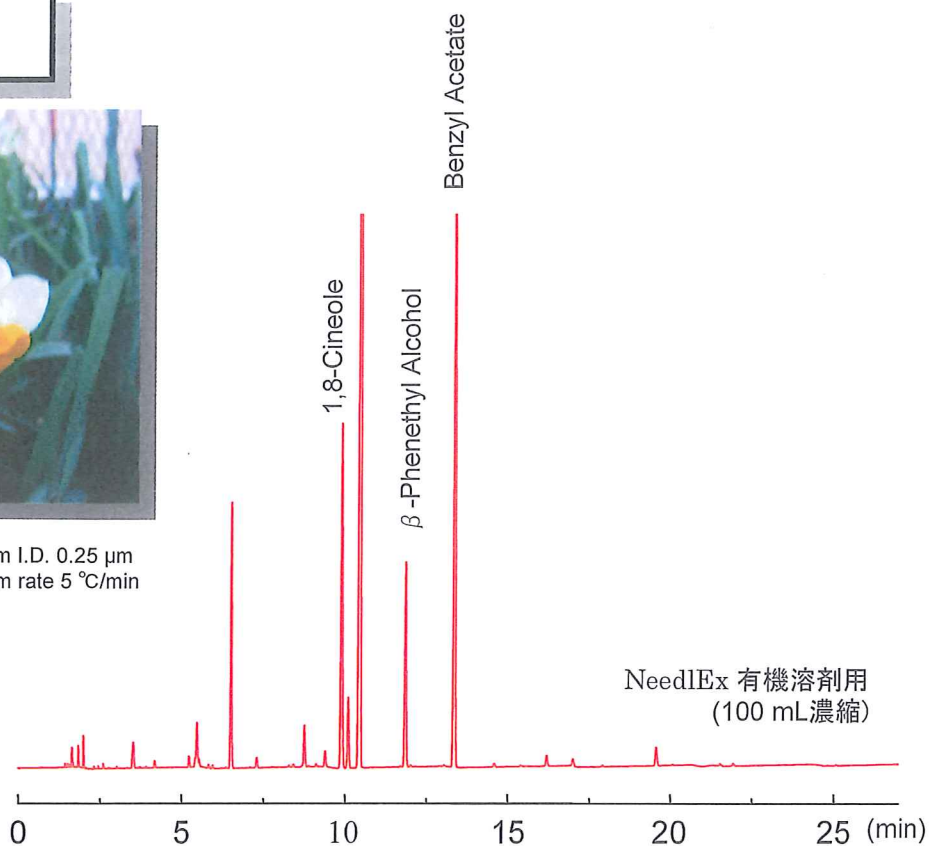
摂氏 25°C = 絶対温度 298°

4. NeedleEx 分析例

水仙の香り



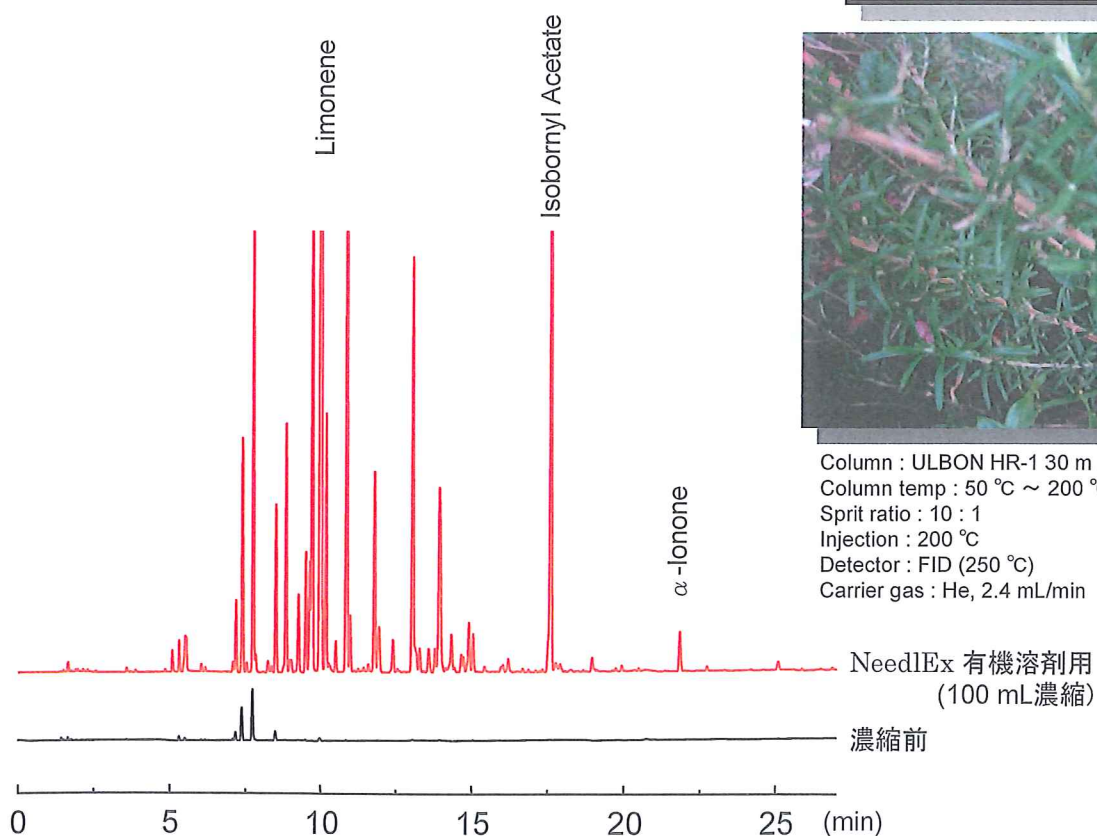
Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min



ローズマリーの香り



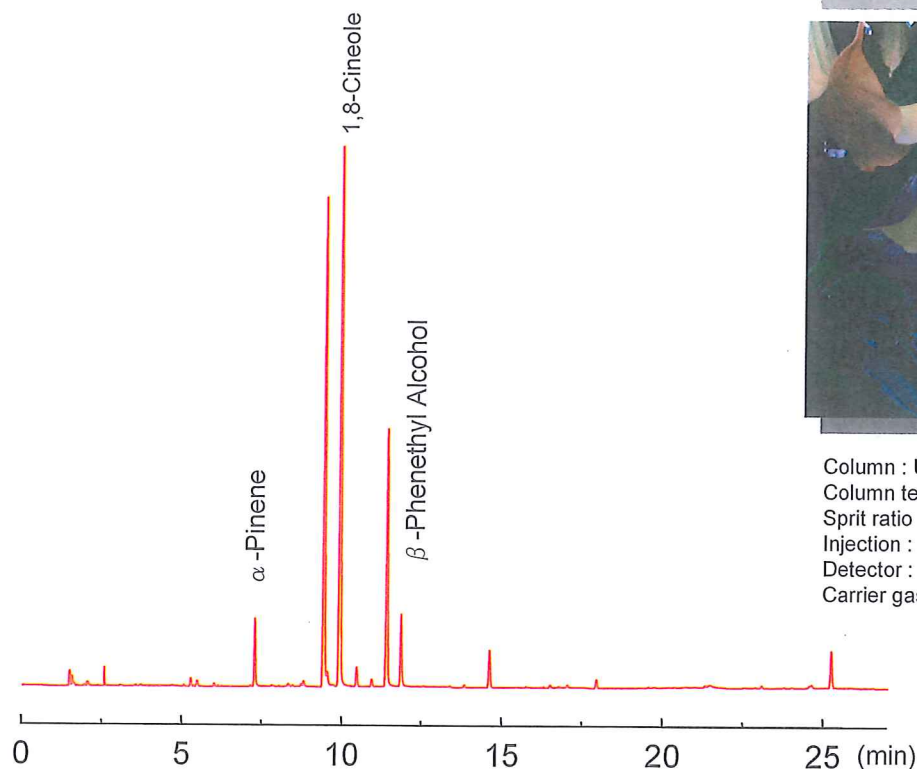
Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min



エンジェルストランペットの香り



Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min

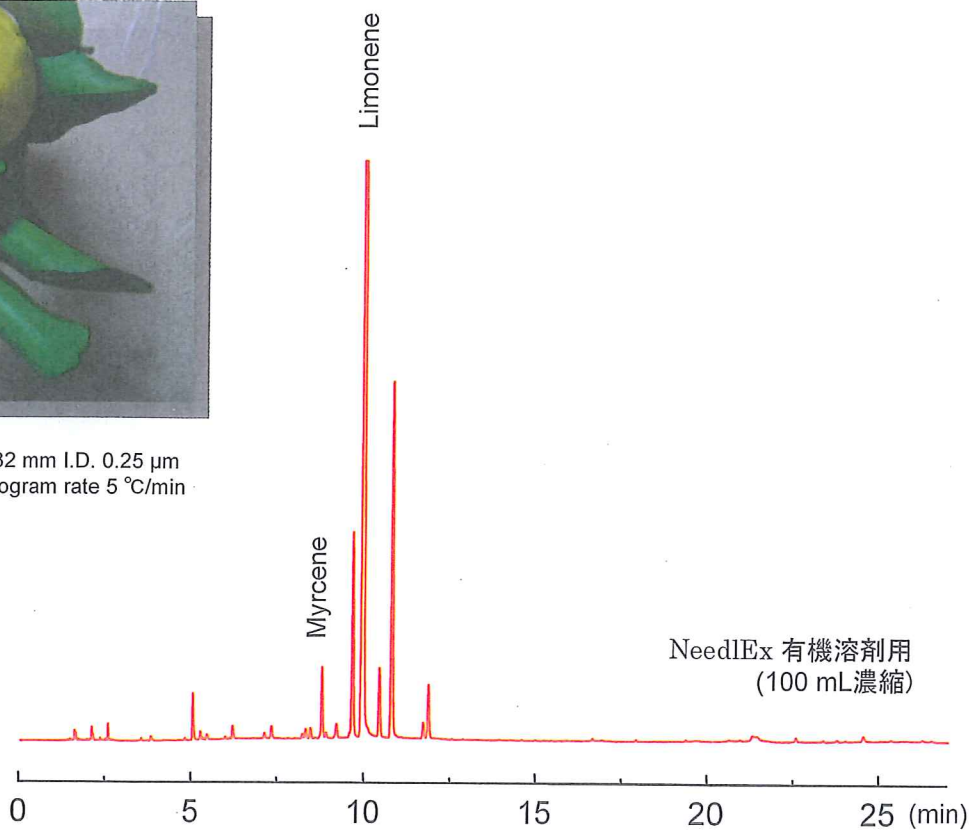


NeedlEx 有機溶剤用
 (100 mL濃縮)

柚子の香り



Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min

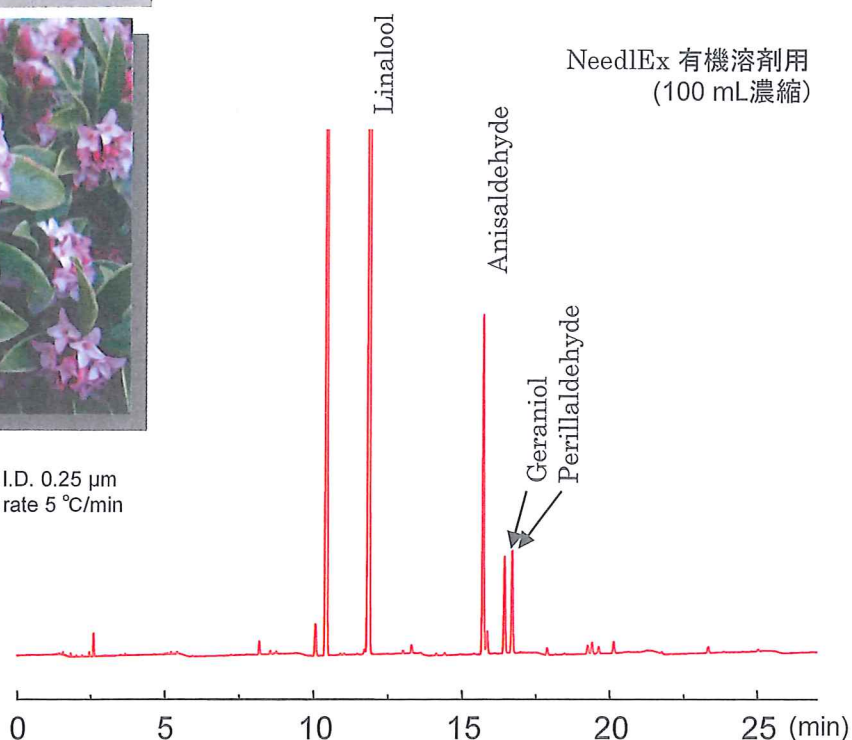


NeedlEx 有機溶剤用
 (100 mL濃縮)

沈丁花の香り



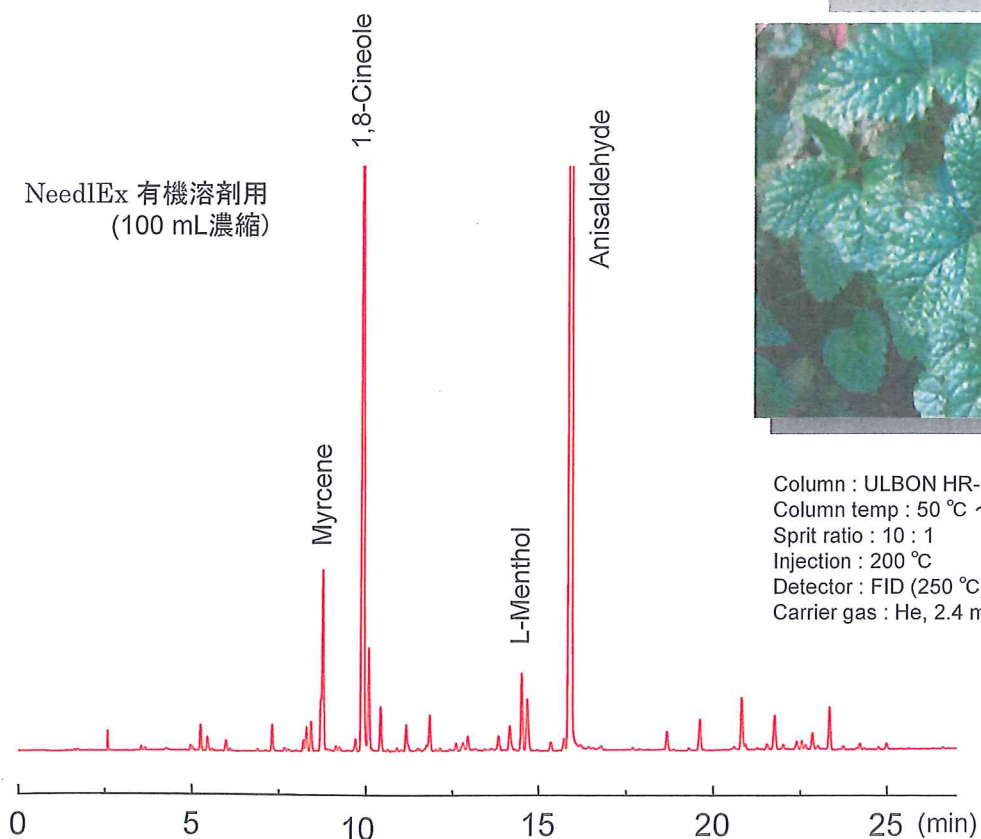
Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min



ペパーミントの香り



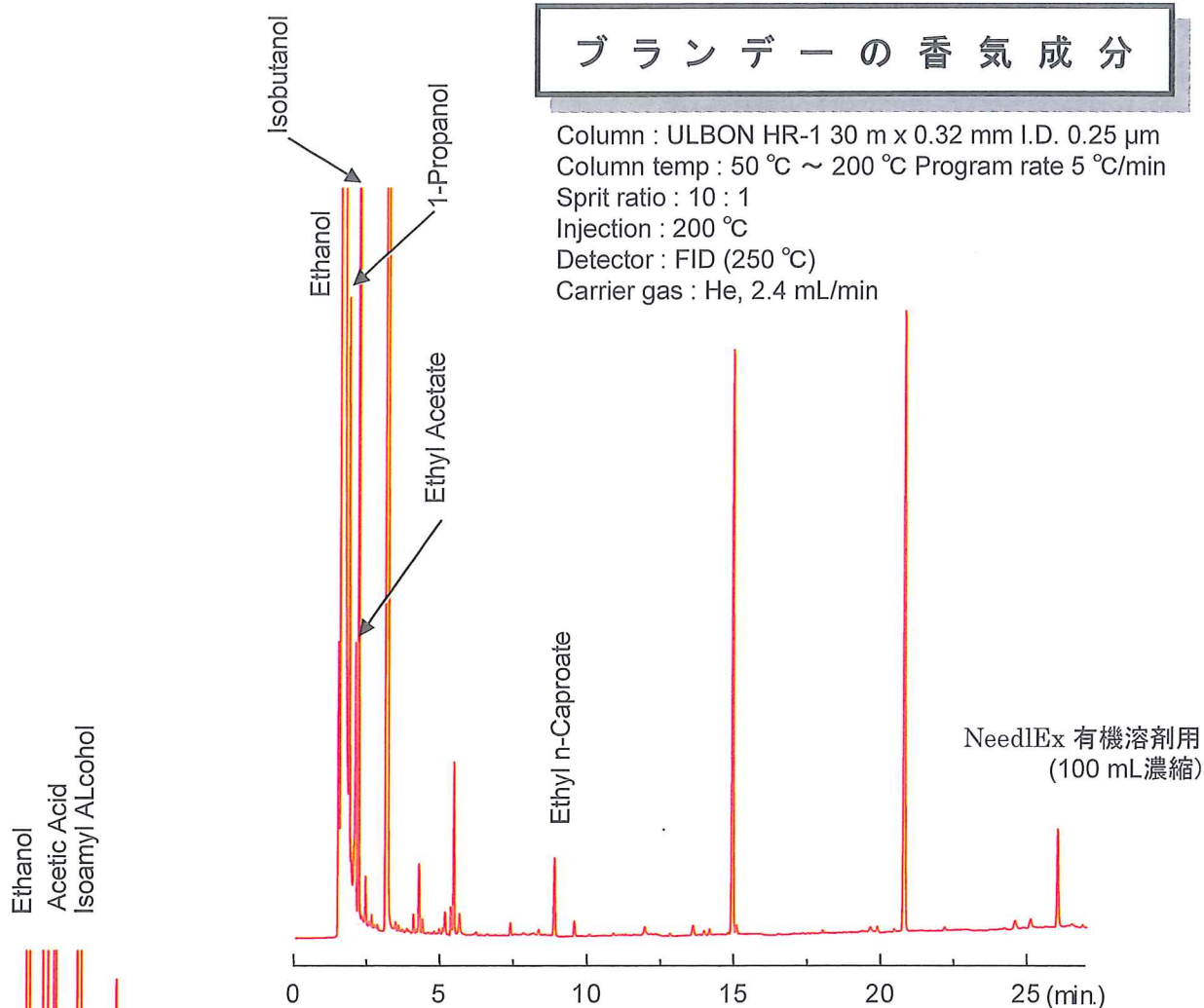
NeedlEx 有機溶剤用
(100 mL濃縮)



Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min

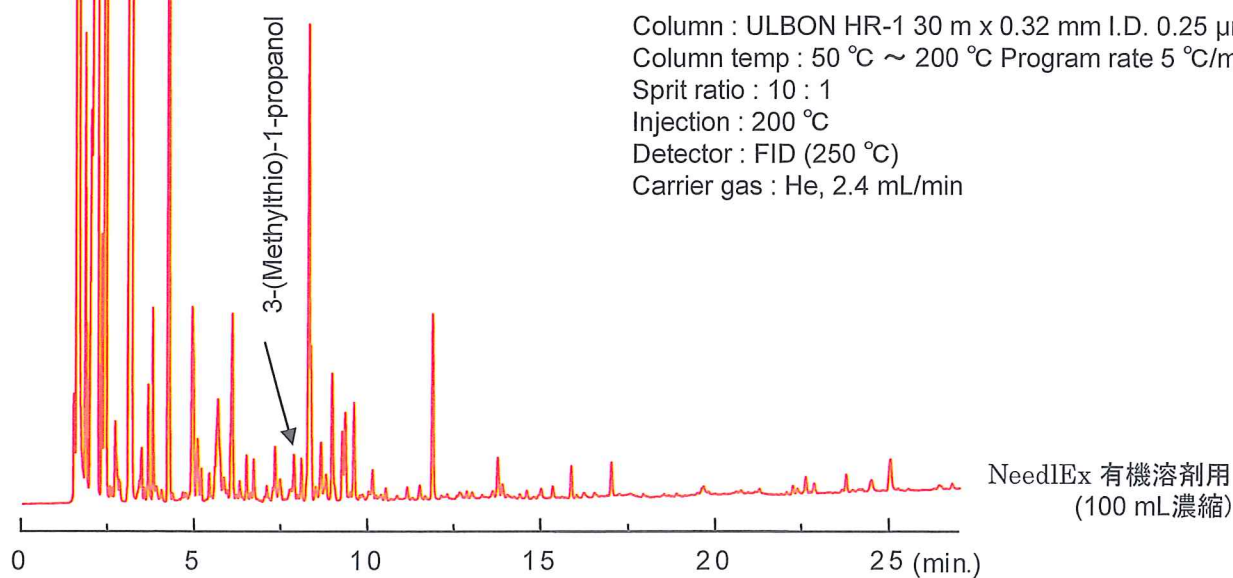
ブレンダーの香気成分

Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min



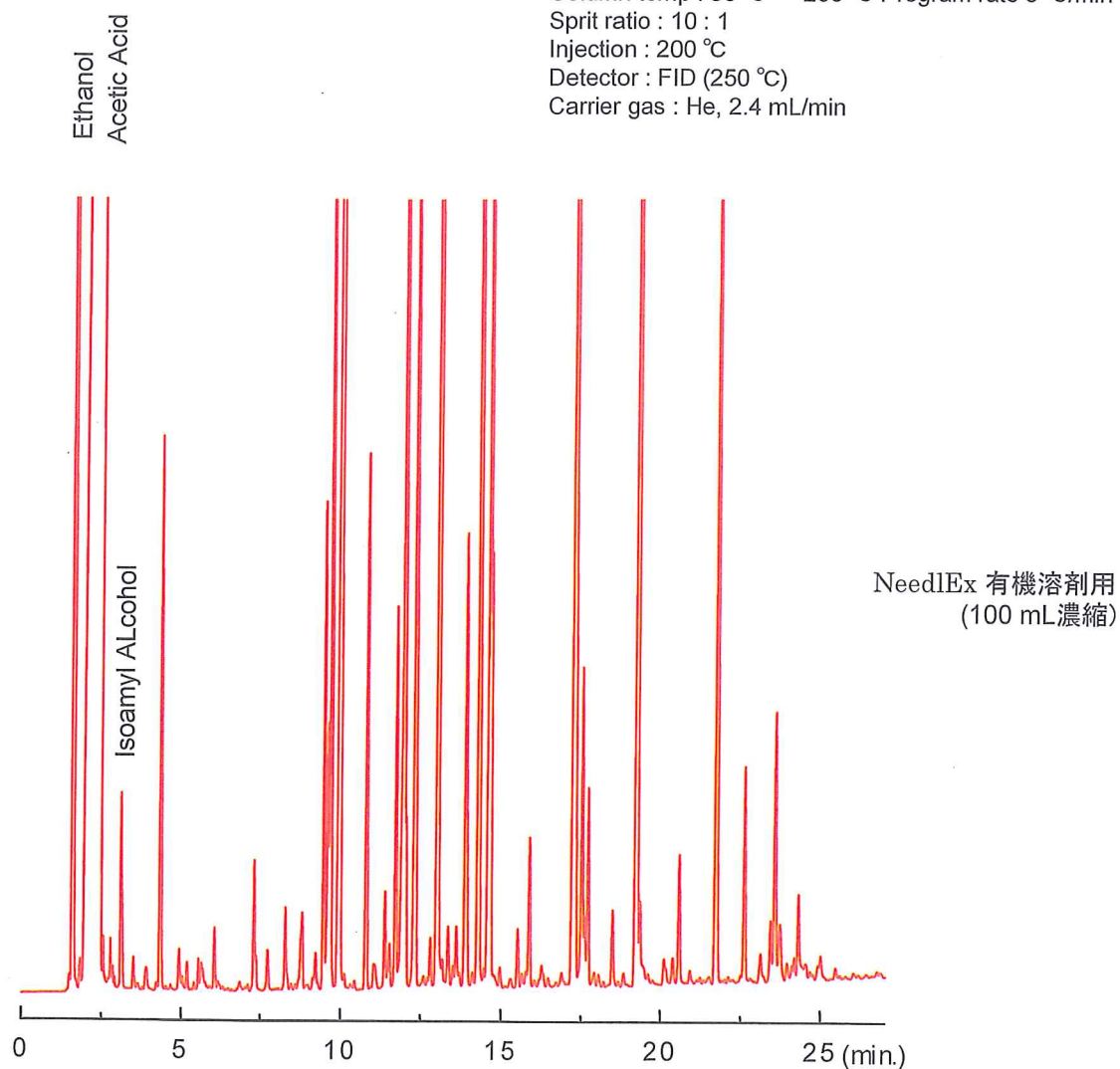
醤油の香気成分

Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min



ウスターソースの香気成分

Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
 Column temp : 50 $^{\circ}$ C ~ 200 $^{\circ}$ C Program rate 5 $^{\circ}$ C/min
 Split ratio : 10 : 1
 Injection : 200 $^{\circ}$ C
 Detector : FID (250 $^{\circ}$ C)
 Carrier gas : He, 2.4 mL/min

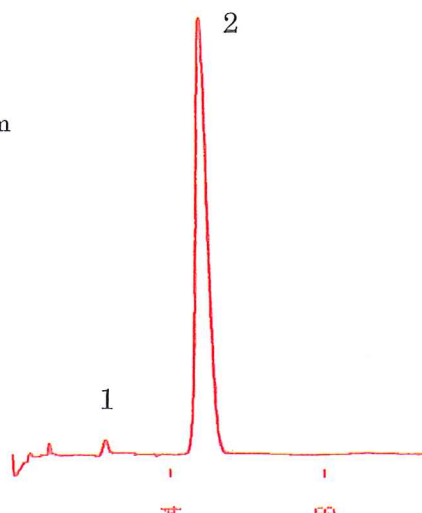


魚介類の腐敗臭

カラム: Thermon-3000 + KOH (2 + 2)% Sunpak-N 2.1 m x 3.2 mm
 カラム温度: 120 $^{\circ}$ C, 注入口温度: 250 $^{\circ}$ C, 検出器: FID (250 $^{\circ}$ C)
 キャリヤーガス: N₂, 50 mL/min
 感度: 10¹ x ATT 3

NeedlEx
 トリメチルアミン用
 (100 mL濃縮)

1. メチルアミン (0.02 ppm)
2. トリメチルアミン (0.49 ppm)



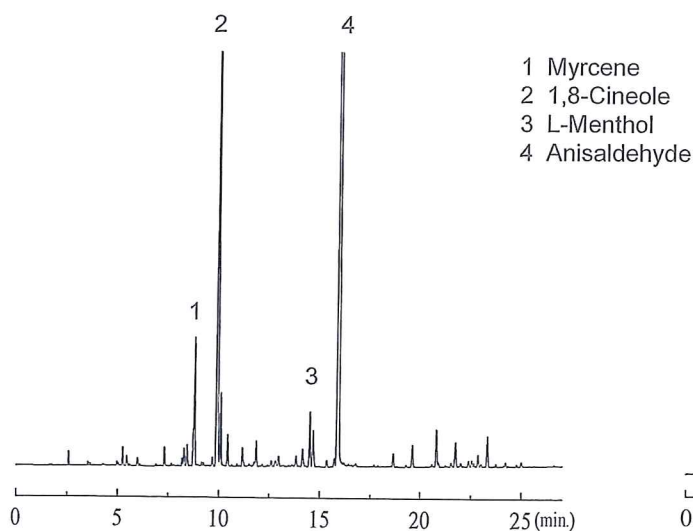
5. ヘッドスペース法と溶媒抽出法との比較

花やハーブの香気成分の定量分析を行なう場合、前処理として溶媒抽出法や水蒸気蒸留法が多く用いられています。ここでは、ペパーミントの香気成分の分析をNeedlExを用いたヘッドスペース法と溶媒抽出法を用いて比較してみました。

下記クロマトグラムを比較した場合、約16分のところに溶出しているペパーミントの香りの主成分であるアニサルデヒド(沸点247℃)のピーク面積比は、ヘッドスペース法の約67%に対し、溶媒抽出法では約93%になっています。これは溶媒抽出法が、空气中に飛散している物質だけでなく、細胞内部にある物質や沸点の高い物質などペパーミントの葉に含まれている全ての脂溶性物質が抽出されピークとして検出されているためです。また、溶媒抽出法で約5分に2本に検出されているピークも同じ理由です。

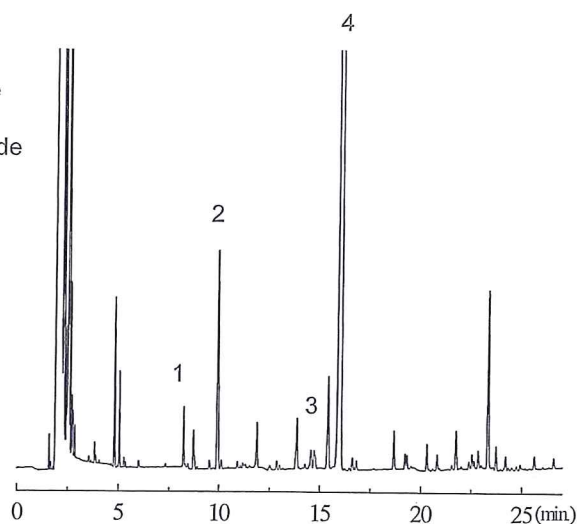
人が感じる香気成分の測定には、NeedlExを用いたヘッドスペース法が有効と言えます。

NeedlExを使用したヘッドスペースガス分析



NeedlEx (有機溶剤用) を使用 (100 mL濃縮)

溶媒抽出分析



ペパーミントの葉100 gから20 mLのヘキサンで抽出

Column : ULBON HR-1 30 m x 0.32 mm I.D. 0.25 μ m
Column temp : 50 °C ~ 200 °C Program rate 5 °C/min
Split ratio : 10 : 1
Injection : 200 °C
Detector : FID (250 °C)
Carrier gas : He, 2.4 mL/min



信和化工株式会社

〒612-8307

京都市伏見区景勝町50番地2
TEL 075-621-2360 FAX 075-602-2660
URL: <http://shinwa-cpc.co.jp/>
E-mail: info@shinwa-cpc.co.jp

発売元



光明理化学工業株式会社

〒213-0006

神奈川県川崎市高津区下野毛 1丁目 8番 28号
TEL 044-833-8900 FAX 044-833-2671
URL: <http://www.komyokk.co.jp/>
E-mail: qa@komyokk.co.jp